

METHOD AND DEVICE FOR PRODUCING THREADS, FIBRES, FILMS OR MOULDED BODIES OUT OF CELLULOSE

Publication number: DE10029044

Publication date: 2002-01-03

Inventor: GERKING LUEDER (DE)

Applicant: GERKING LUEDER (DE)

Classification:


- international: **C08B1/00; D01F2/00; C08B1/00; D01F2/00; (IPC1-7): D01F2/00**

- European: **C08B1/00B; D01F2/00**

Application number: DE20001029044 20000613

Priority number(s): DE20001029044 20000613

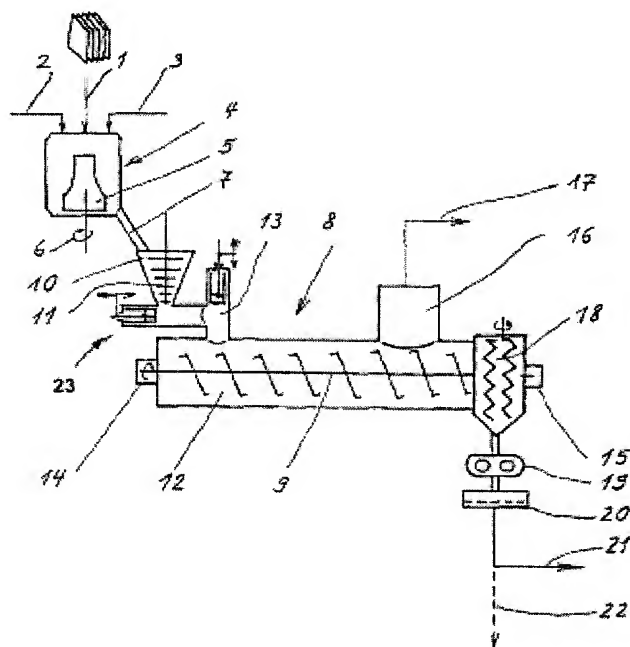
Also published as:

 **WO0196636 (A1)**

[Report a data error here](#)

Abstract of DE10029044

The invention relates to a method and a device for producing threads, fibres, films or moulded bodies, preferably lyocell threads and fibres, out of cellulose. Dry cellulose is mixed with an aqueous NMMO solvent in a mixing device (4) embodied in the form of a pulper, and is fed into a reactor (8) without using any intermediary receptacle. The cellulose mass is heated and homogenised in said reactor and the water is extracted from the produced mixture. Said mixture, which is produced in the reactor (8), is fed into a device without using any intermediary receptacle, for processing into film, threads, fibres and/or moulded bodies.



Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide



⑮ **BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 100 29 044 A 1**

⑤① Int. Cl.⁷:
D 01 F 2/00

⑳ Aktenzeichen: 100 29 044.2
㉔ Anmeldetag: 13. 6. 2000
㉓ Offenlegungstag: 3. 1. 2002

DE 100 29 044 A 1

㉒ Anmelder:
Gerking, Lüder, Dr.-Ing., 14195 Berlin, DE

㉒ Vertreter:
PFENNING MEINIG & PARTNER GbR, 10707 Berlin

㉒ Erfinder:
gleich Anmelder

㉒ Entgegenhaltungen:
DE 28 30 685 A1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

㉒ Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Fäden, Fasern, Folien oder Formkörpern aus Cellulose

㉒ Es wird ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung von Fäden, Fasern, Folien oder Formkörpern aus Cellulose, vorzugsweise zur Herstellung von Lyocell-Fäden und Fasern vorgeschlagen, bei denen trockene Cellulose in wäßrigem NMMO-Lösungsmittel in einer als Pulper ausgebildeten Mischvorrichtung gemischt wird und ohne Zwischenbehälter in einen Reaktor gegeben, in dem die cellulosische Masse aufgewärmt und homogenisiert wird und das Wasser aus der erzeugten Mischung entfernt wird. Die im Reaktor erzeugte Mischung wird ohne Zwischenbehälter einer Vorrichtung zum Verarbeiten zu Folie, Fasern, Fäden und/oder Formkörpern zugeführt.

DE 100 29 044 A 1

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Fäden, Fasern, Folien oder Formkörpern aus Cellulose und insbesondere zur Aufbereitung einer Lösung für die Herstellung, sowie eine Vorrichtung zur Herstellung von Fäden, Fasern, Folien oder Formkörpern aus Cellulose.

[0002] Zur Herstellung einer spinnbaren Lösung aus Cellulose und daraus hergestellten Lyocell-Fäden sind verschiedene Verfahren bekannt geworden, um kontinuierlich oder auch in absatzweisen Einzelschritten die Spinnlösung herzustellen. Als Lösungsmittel hat N-Methyl-morpholin-N-Oxyd (NMMO) als einziges wirtschaftliche Bedeutung erlangt.

[0003] Aus der US 5,603,883 ist ein Verfahren und eine Vorrichtung zum Herstellen von Celluloseprodukten bekannt, bei denen Cellulose in einen wäßriges Lösungsmittel NMMO enthaltenden Pulper zu einer Suspension bzw. Cellulosemasse gemischt wird. Die cellulosische Masse wird aus dem Pulper einer Dünnschichtbehandlungsvorrichtung zugeführt, in der eine konzentrierte Cellulosesuspension hergestellt wird. Diese konzentrierte Cellulosesuspension wird in einem mit Rührelementen versehenen Zwischengefaß zwischengelagert und anschließend einem zweiten Dünnschichtbehandlungsapparat zugeführt, in dem die konzentrierte Cellulosesuspension in eine form- oder spinnbare Lösung von Cellulose durch Aufheizen transformiert wird. Diese Lösung wird zur Herstellung von Cellulosefolien, Fasern, Fäden, Formkörpern weiterverarbeitet.

[0004] Ausgehend von diesem Stand der Technik liegt der Erfindung die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung einer Celluloselösung für die Verarbeitung zu Fäden, vorzugsweise Lyocell-Fäden, Fasern, Folien oder Formkörpern zu schaffen, bei denen zur Vermeidung von thermischem Abbau und Vernetzungen die Verweilzeit der Cellulosemasse möglichst kurz sein soll.

[0005] Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch die kennzeichnenden Merkmale des unabhängigen Verfahrensanspruchs und des unabhängigen Vorrichtungsanspruchs gelöst.

[0006] Entsprechend der vorliegenden Erfindung findet die Aufbereitung der cellulosischen Masse bei Umgebungstemperatur, vorzugsweise in einem Pulper, kontinuierlich unter stetiger Zugabe von trockener Cellulose und wäßriger NMMO-Lösung statt. Dieses Gemisch verläßt den Pulper stetig und gelangt direkt in einen Reaktor, der die Auswärmung der Masse vornimmt und durch Entfernen des Wassers unter Vakuum eine Lösung, vorzugsweise eine Spinnlösung erzeugt, die diesen Reaktor ebenfalls stetig verläßt und direkt der Spinnerei oder anderen Bearbeitungsstationen zugepumpt wird. Die Spinnerei für Lyocell-Fäden ähnelt in bekannter Weise den Schmelzspinnverfahren mit dem besonderen Unterschied, daß die Ausfällung der Cellulose in einem Wasserbad geschieht, nachdem die Spinnlösung aus Cellulose und NMMO und Restwasser einen Luftspalt durchläuft, in dem die Fäden durch Zugkräfte in ihrem Durchmesser verringert werden.

[0007] Durch die erfindungsgemäße Vorrichtung bzw. das erfindungsgemäße Verfahren wird die Wärme in kurzer Zeit und gleichmäßig in den Reaktor auf die cellulosische Masse eingebracht, es findet eine gute Vermischung der Lösung statt und die Verdampfung des Wassers ist gewährleistet. Es wird eine sehr gute Spinnlösung zur Verfügung gestellt, da das Verweilspektrum der Masse während der gesamten Aufbereitungsphase eng ist. Aufgrund der Vermeidung von Zwischengefäßen und Zwischenlagerungen in Puffer- und Speisebehältern findet keine undefinierte Aufenthaltsdauer der Masse bzw. Lösung statt, wodurch die engen Verweil-

zeitspektren der Masse gewährleistet werden. Eine vorherige Anmischung der Cellulose mit Wasser kann unterbleiben und auch eine Vorkonzentration, wie in der US 5,603,883 ist nicht notwendig. Der nur eine Reaktor nimmt das Aufwärmen, Homogenisierung und Wasserverdampfen vor. Darüberhinaus ist die gesamte Anlage wegen der verringerten Anzahl an Bauteilen kostengünstiger.

[0008] Die verwendete Mischvorrichtung ist vorzugsweise ein Pulper (der Firma La Mort). Als Reaktoren sind liegende Reaktoren mit axialen Rührelementen (Reaktor der Firma List, Schweiz, vom Typ Discotherm B), ein Reaktor vom Prinzip des Dünnschichtverdampfers (Luwa) oder ein Zweikäftigreaktor bzw. Doppelkäftigreaktor nach der DE 40 13 912, die hier in dieser Anmeldung eingeschlossen sein soll, anwendbar, wobei bei Letzterem beheizte Flächen in einem der beiden Rührkäfte eingesetzt werden.

[0009] Ein Ausführungsbeispiel der Erfindung ist in der Zeichnung dargestellt und wird in der nachfolgenden Beschreibung näher erläutert. Die einzige Figur zeigt einen Aufbau der erfindungsgemäßen Vorrichtung.

[0010] In Fig. 1 ist mit 4 ein Pulper bezeichnet, der über ein in seinem Inneren mit hoher Geschwindigkeit drehenden kreiselförmigen Rotationsteil 5 verfügt, der von einem nichtgezeigten Antrieb gemäß Pfeil 6 in Drehung versetzt wird. Der Pulper 4, der ein Mischer vom Typ La Mort ist, weist Zuführungen 1 für trockene Cellulose, meistens in Tafeln, und 2 für die Zufuhr von wäßrigem Lösungsmittel NMMO sowie 3 für zusätzliche, zur thermischen Stabilisierung dienenden Zusätzen und dergleichen auf. Der Pulper 4 ist in seinem unteren Bereich mit einem Fallrohr 7 verbunden, das wiederum mit einer Zufuhrvorrichtung 23 für einen einzigen Reaktor 8 verbunden ist. Die Zufuhreinrichtung des Reaktors 8 besteht aus einem Zufuhrtrichter 10, in dem ein Rührelement 11 angebracht ist, sowie aus einem wechselweise arbeitenden Kolbenzufuhrsystem 13.

[0011] Der Reaktor kann im dargestellten Ausführungsbeispiel als Einwellenreaktor oder auch als Zweiwellenreaktor ausgeführt sein, vorzugsweise wird ein Reaktor, Typ Discotherm B der Firma List oder ein Doppelkäftigreaktor nach der DE 40 13 912 eingesetzt. Der Antrieb des Reaktors sind auf der einen Seite des liegenden Reaktors, beispielsweise bei 14 und die Zufuhr des Heizmediums Warmwasser oder Thermoöl, mit dem die Wand des Reaktors und/oder im Inneren des Reaktors 8 angeordnete Rührelemente 9 beheizt werden, auf der anderen Seite des Reaktors bei 15 vorgesehen. Im hinteren Teil des Reaktors 8 ist ein Dom 16 zum Abführen des verdampfenden Wassers entsprechend Pfeil 17 angeordnet.

[0012] Für den Austrag der im Reaktor bearbeiteten Lösung ist eine Schnecke 18, vorzugsweise ein sich selbstreinigendes Doppelschneckenpaar vorgesehen. Zur Förderung der Lösung ist eine Pumpe 19 anschließend an die Schnecke 18 angeordnet, die vorzugsweise als Zahnradpumpe ausgebildet ist. Weiterhin ist ein Filter 20 nachgeschaltet und der Pfeil 21 deutet die Weiterleitung zu der Verarbeitungsstation der Celluloselösung an, die eine Spinnvorrichtung, eine Vorrichtung zum Extrudieren von Folien oder eine Formvorrichtung zum Herstellen von Formkörpern sein kann. Der gestrichelte Pfeil 22 soll eine Ablaßmöglichkeit beim Anlauf oder bei Störungen in der Verarbeitungsstation, vorzugsweise in der Spinnerei darstellen. Selbstverständlich sind noch weitere Hilfs- und Zusatzeinrichtungen möglich, die hier nicht gezeigt sind.

[0013] Für die Herstellung werden trockene Cellulose, wie angedeutet, meistens in Tafeln, und das wäßrige Lösungsmittel in Konzentrationen von 50%, auch etwas darunter, vorzugsweise aber darüber, bei 1 und 2 dem Pulper 5 zugeführt, ohne daß diese Stoffe vorgewärmt werden. Zusätze

zur thermischen Stabilisierung und dergleichen können bei 3 zugesetzt werden. In diesem Pulper 4 werden die zugeführten Stoffe zu einer cellulosischen Masse gemischt. Diese Mischung gelangt über das Fallrohr 7 in die Zufuhreinrichtung 23 und den Reaktor 8. Die dem Zufuhrtrichter 10 zugeführte Masse wird durch die Rührelemente 11 bewegt und die aus dem Zufuhrtrichter 10 austretende Masse wird über das wechselweise arbeitende Kolbenzufuhrsystem 13 in dem evakuierten Raum 12 des Reaktors 8 eingebracht. In dem Reaktor 8 wird die cellulosische Masse auf etwa 100°C gleichmäßig und in möglichst kurzer Zeit aufgeheizt. Wichtig ist, daß eine Selbstreinigung der von der Masse berührten Teile, insbesondere des bzw. der Rührelemente 9 vorhanden ist. Das verdampfende Wasser wird aus dem Dom 16 abgeführt. Am Ende des Reaktors 8 wird die Lösung durch die Schnecke 18 aus dem unter Vakuum stehenden Raum ausgetragen und die Pumpe 19 fördert die Spinnlösung über den im allgemeinen notwendigen Filter 20 zur Spinnerei 21. Im bevorzugten Falle werden dort Lyocell-Fäden bzw. Fasern hergestellt.

[0014] Typische Werte bei dem beschriebenen Werte sind: Mischungsverhältnis im Ansatz:

8, 6% Cellulose

91,4% NMMO-Lösung 50%ig

Temperatur im Reaktor 98–102°C,

Reaktordruck 25 mbar absolut

Austritt der Spinnlösung

14% Cellulose

75% NMMO

11% Restwasser

wobei alle Konzentrationen in Gew.-% angegeben sind.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Fäden, Fasern, Folien oder Formkörpern aus Cellulose, bei dem trockene Cellulose in wäßrigem NMMO-Lösungsmittel in einer Mischvorrichtung gemischt und in einer Reaktoranordnung aufgewärmt und homogenisiert wird und Wasser aus der erzeugten Mischung entfernt wird und einer Vorrichtung zum Verarbeiten der Cellulosemischung zugeführt wird, **dadurch gekennzeichnet**, daß die in der Mischvorrichtung gemischte cellulosische Masse kontinuierlich ohne Zwischenbehälter einem Reaktor zugeführt wird, in dem die cellulosische Masse aufgewärmt und homogenisiert und Wasser entfernt wird und die so entstandene Lösung wieder ohne Zwischenbehälter direkt der Vorrichtung zum Verarbeiten zugeführt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die cellulosische Masse in dem Reaktor gleichmäßig vorzugsweise auf etwa 100° aufgeheizt wird.
3. Vorrichtung zur Herstellung von Fäden, Fasern, Folien oder Formkörpern aus Cellulose, mit einer Mischvorrichtung zum Mischen von Cellulose mit einem wäßrigen NMMO-Lösungsmittel zu einer cellulosischen Masse und mit einer Reaktoranordnung zur Aufwärmung und Homogenisierung der cellulosischen Masse und zum Entfernen von Wasser aus der erzeugten Mischung und einer Vorrichtung zum Verarbeiten der Mischung, dadurch gekennzeichnet, daß die Mischvorrichtung (4) ohne Zwischenbehälter an nur einen Reaktor (8) angeschlossen ist und daß die im Reaktor (8) erzeugte Mischung ohne Zwischenbehälter der Vorrichtung zum Verarbeiten zuführbar ist.
4. Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Mischung aus dem Reaktor (8) der Vorrichtung zum Verarbeiten über mindestens ein Fil-

ter (20) zuführbar ist.

5. Vorrichtung nach Anspruch 3 oder Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Mischvorrichtung (4) ein Pulper ist.

6. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 3 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß der Reaktor (8) als liegender Reaktor mit über seine Länge angeordneten Rührelementen (9) ausgebildet ist.

7. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 3 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß der Reaktor als nach dem Prinzip des Dünnschichtverdampfers arbeitender Reaktor ausgebildet ist.

8. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 3 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Reaktor als Doppelkäfreaktor ausgebildet ist.

9. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 3 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Mischvorrichtung (4) über ein Fallrohr (7) mit einem Zufuhrtrichter (10) verbunden ist, dem ein wechselweise arbeitendes Kolben-system (13) für den Transport der cellulosischen Masse in den unter Vakuum stehenden Innenraum (12) des Reaktors (8) zugeordnet ist.

10. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 3 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß der Reaktor mit einer Selbstreinigungsanordnung zur Vermeidung von Rückständen an den Flächen, die die Mischung berühren vorgesehen ist.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

